

DERWENT-ACC-NO: 2000-117176

DERWENT-WEEK: 200248

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Sputter target

INVENTOR: FUJIOKA, N; ISHIGAMI, T ; KOHSAKA, Y ; SUZUKI, Y ; WATANABE, K  
; WATANABE, T

PATENT-ASSIGNEE: TOSHIBA KK[TOKE], TOSHIBA CORP[TOKE]

PRIORITY-DATA: 1998JP-0212829 (July 28, 1998) , 1998JP-0182689 (June 29, 1998)  
, 1998JP-0204001 (July 17, 1998)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
WO 200000661 A1	January 6, 2000	J	034	C23C 014/34
TW 460600 A	October 21, 2001	N/A	000	C23C 014/34
JP 2000104164 A	April 11, 2000	N/A	011	C23C 014/34
EP 1099777 A1	May 16, 2001	E	000	C23C 014/34
KR 2001053199 A	June 25, 2001	N/A	000	H01L 021/203

DESIGNATED-STATES: KR US AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE  
DE FR GB IT

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
WO 200000661A1	N/A	1999WO-JP03407	June 25, 1999
TW 460600A	N/A	1999TW-0110902	June 28, 1999
JP2000104164A	N/A	1999JP-0180773	June 25, 1999
EP 1099777A1	N/A	1999EP-0926824	June 25, 1999
EP 1099777A1	N/A	1999WO-JP03407	June 25, 1999
EP 1099777A1	Based on	WO 200000661	N/A
KR2001053199A	N/A	2000KR-0714793	December 26, 2000

INT-CL (IPC): C22C027/02, C23C014/34 , H01L021/203 , H01L021/285

ABSTRACTED-PUB-NO: WO 200000661A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - A sputter target consisting of a high purity Nb containing not more than 3000 ppm of Ta and not more than 200 ppm of oxygen, with variations in Ta content limited to within +/-30% through the whole target and variations in oxygen content to within +/-80% throughout the whole target, thereby implementing a low-resistivity wiring film. In addition, each Nb crystal grain in the sputter target has a grain size 0.1 to 10 times the average crystal grain size and a grain size ratio between adjacent crystal grains is 0.1 to 10. Such a sputter target can minimize the occurrence of giant dust and is suitable for forming an Nb film used as a liner material for Al wiring.

USE - Sputter target.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/1

TITLE-TERMS: SPUTTER TARGET

DERWENT-CLASS: L03 M13 U11 V05 X14

CPI-CODES: L04-D02; M13-G02;

EPI-CODES: U11-C09A; V05-F04B5C; V05-F05C; V05-F08D1A; X14-F02;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2000-035916

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N2000-088709



(51) 国際特許分類6 C23C 14/34, H01L 21/285	A1	(11) 国際公開番号 WO00/00661  (43) 国際公開日 2000年1月6日(06.01.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP99/03407  (22) 国際出願日 1999年6月25日(25.06.99)  (30) 優先権データ 特願平10/182689 1998年6月29日(29.06.98) JP 特願平10/204001 1998年7月17日(17.07.98) JP 特願平10/212829 1998年7月28日(28.07.98) JP  (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 株式会社 東芝(KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA)[JP/JP] 〒210-0913 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地 Kanagawa, (JP)  (72) 発明者 ; および  (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 渡邊光一(WATANABE, Koichi)[JP/JP] 〒223-0062 神奈川県横浜市港北区日吉本町4-14-1, D103 Kanagawa, (JP) 高阪泰郎(KOHSAKA, Yasuo)[JP/JP] 〒220-0072 神奈川県横浜市西区浅間町3-168-1-501 Kanagawa, (JP)		渡辺高志(WATANABE, Takashi)[JP/JP] 〒235-0022 神奈川県横浜市磯子区汐見台2-8-2-C510 Kanagawa, (JP) 石上 隆(ISHIGAMI, Takashi)[JP/JP] 〒247-0005 神奈川県横浜市栄区桂町303-1-2-713 Kanagawa, (JP) 鈴木幸伸(SUZUKI, Yukinobu)[JP/JP] 〒233-0007 神奈川県横浜市港南区大久保2-14-1, B-308 Kanagawa, (JP) 藤岡直美(FUJIOKA, Naomi)[JP/JP] 〒228-0015 神奈川県座間市南栗原4-3-11-402 Kanagawa, (JP)  (74) 代理人 須山佐一(SUYAMA, Saichi) 〒101-0046 東京都千代田区神田多町2丁目1番地 神田東山ビル Tokyo, (JP)  (81) 指定国 KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)  添付公開書類 国際調査報告書
(54) Title: SPUTTER TARGET  (54) 発明の名称 スパッタターゲット  <div data-bbox="443 1266 1104 1686" data-label="Image"> </div> (57) Abstract A sputter target consisting of a high-purity Nb containing not more than 3000 ppm of Ta and not more than 200 ppm of oxygen, with variations in Ta content limited to within +/- 30 % through the whole target and variations in oxygen content to within +/- 80 % throughout the whole target, thereby implementing a low-resistivity wiring film. In addition, each Nb crystal grain in the sputter target has a grain size 0.1 to 10 times the average crystal grain size and a grain size ratio between adjacent crystal grains is 0.1 to 10. Such a sputter target can minimize the occurrence of giant dust and is suitable for forming an Nb film used as a liner material for Al wiring.		

(57)要約

スパッタターゲットはT a含有量が3000ppm 以下、酸素含有量が200ppm以下の高純度N bからなる。スパッタターゲット中のT a含有量のバラツキは、ターゲット全体として±30% 以内とされている。また、酸素含有量のバラツキは、ターゲット全体として±80% 以内とされている。このようなスパッタターゲットによれば、低抵抗率の配線膜を実現することができる。さらに、スパッタターゲット中のN bの各結晶粒は、平均結晶粒径に対して 0.1~10倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が 0.1~10の範囲とされている。このようなスパッタターゲットによれば、巨大ダストの発生を大幅に抑制することが可能となる。これらスパッタターゲットは、A l配線のライナー材としてのN b膜の形成に好適である。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE アラブ首長国連邦	DM ドミニカ	KZ カザフスタン	RU ロシア
AL アルバニア	EE エストニア	LC セントルシア	SD スーダン
AM アルメニア	ES スペイン	LI リヒテンシュタイン	SE スウェーデン
AT オーストリア	FI フィンランド	LK スリ・ランカ	SG シンガポール
AU オーストラリア	FR フランス	LR リベリア	SI スロヴェニア
AZ アゼルバイジャン	GA ガボン	LS レソト	SK スロヴァキア
BA ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB 英国	LT リトアニア	SL シェラ・レオネ
BB バルバドス	CD グレナダ	LU ルクセンブルグ	SN セネガル
BE ベルギー	GE グルジア	LV ラトヴィア	SZ スワジランド
BF ブルキナ・ファソ	GH ガーナ	MA モロッコ	TD チャード
BG ブルガリア	GM ガンビア	MC モナコ	TG トーゴ
BJ ベナン	GN ギニア	MD モルドヴァ	TJ タジキスタン
BR ブラジル	GW ギニア・ビサウ	MG マダガスカル	TZ タンザニア
BS ベラルーシ	GR ギリシャ	MK マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TM トルクメニスタン
CA カナダ	HR クロアチア	共和国	TR トルコ
CF 中央アフリカ	HU ハンガリー	マリ	TT トリニダード・トバゴ
CG コンゴ	ID インドネシア	ML モンゴル	UA ウクライナ
CH スイス	IE アイルランド	MN モーリタニア	UG ウガンダ
CI コートジボアール	IL イスラエル	MR モーリタニア	US 米国
CM カメルーン	IN インド	MW マラウイ	UZ ウズベキスタン
CN 中国	IS アイスランド	MX メキシコ	VN ヴェトナム
CR コスタ・リカ	IT イタリア	NE ニジェール	YU ユーゴスラビア
CU キューバ	JP 日本	NL オランダ	ZA 南アフリカ共和国
CY キプロス	KE ケニア	NO ノールウェー	ZW ジンバブエ
CZ チェッコ	KG キルギスタン	NZ ニュー・ジーランド	
DE ドイツ	KP 北朝鮮	PL ポーランド	
DK デンマーク	KR 韓国	PT ポルトガル	
		RO ルーマニア	

## 明 細 書

## スパッタターゲット

## 技術分野

本発明は、半導体素子のライナー材などの形成に好適なNbスパッタターゲットに関する。

## 背景技術

近年、LSIに代表される半導体工業は、急速に進捗しつつある。

64MビットDRAMやそれ以降の半導体素子では、高集積化、高信頼性化、高機能化が進むにつれて、微細加工技術に要求される精度も益々高まっている。このような集積回路の高密度化に伴って、AlやCuを主成分として形成される金属配線の幅は $1/4\mu\text{m}$ 以下になりつつある。

一方、集積回路を高速で動作させるためには、Al配線やCu配線の抵抗を低減することが必須となる。従来の配線構造では、配線の高さを厚くすることで配線抵抗を低減することが一般的であった。しかし、さらなる高集積化や高密度化が図られた半導体デバイスにおいて、これまでの積層構造では配線上に形成される絶縁膜のカバレッジ性が悪くなり、当然歩留りも低下することになる。このため、デバイスの配線技術そのものを改良することが求められている。

そこで、従来の配線技術とは異なる、デュアルダマシン(DD)配線技術を適用することが検討されている。DD配線技術とは、予め配線溝を形成した下地膜上に、配線材となるAlやCuを主成分とする金属をスパッタリング法やCVD法などを用いて成膜し、熱処理(リフロー)により配線金属を溝内に流し込んだ後、CMP(Chemical Mechanical Polishing)法などで余剰の配線金属を除去する技術である。

ここで、DD配線構造においては、配線溝内にいかにして良好にAlなどを充填するかが重要となる。充填技術としては、上述したリフロー技術などが適用される。Alのリフロー性を向上させる膜（ライナー膜）としては、一般的にTi膜が用いられている。しかし、Ti膜ではリフロー工程でAlとTiが反応して $Al_3Ti$ 化合物が形成され、その結果として配線抵抗が著しく上昇してしまうという問題がある。

このようなことから、Tiに代わるAlに対するライナー材料が種々検討されており、その中でも特にNbの使用が効果的であることが報告されている。NbはTiと比較して配線抵抗を低減することができ、またAlのリフロー性についても向上させることが可能となる。

ところで、256Mビットや1Gビット以上の集積度を有するDRAMなどの次世代の半導体メモリへの応用を考えた場合、配線膜の抵抗率は例えば $4\mu\Omega\text{cm}$ 以下が求められる。しかし、従来のNbターゲットを用いて成膜したNb膜をライナー材とし、その上にAl膜やAl合金膜を形成したAl配線膜では、抵抗率を再現性よく $4\mu\Omega\text{cm}$ 以下に抑えることが困難な状況にある。

加えて、配線膜中へのダストの混入などを極力低減する必要があるが、従来のNbターゲットでは例えば $1\mu\text{m}$ を超えるような巨大なダストが突発的に発生してしまうという問題がある。その結果として、半導体デバイスの製品歩留りは大幅に低下してしまう。

上述したように、従来のNbターゲット用いて成膜したNbライナー膜を有するAl配線膜では、256Mビットや1Gビット以上のDRAMなどに求められている、例えば $4\mu\Omega\text{cm}$ 以下という抵抗率を十分にかつ再現性よく満足させることができない。さらに、Nbライナー膜の成膜中に突発的に巨大なダストが発生してしまい、その結果として半導体デバイスの製品歩留りを低下させてしまう。このように、従来のNbターゲッ

トは、次世代の半導体メモリなどのへの応用は困難な状況にある。

本発明の目的は、DD配線技術などを適用してAl配線膜を形成する際に、Al膜のライナー材としてのNb膜の電気特性や品質を高めることを可能にしたスパッタターゲットを提供することにある。具体的には、Al配線膜の抵抗率を例えば  $4\mu\Omega\text{cm}$ 以下に抑えることが可能なNb膜を再現性よく得ることを可能にしたスパッタターゲットを提供することを目的としている。さらに、突発的な巨大ダストの発生を抑制し、Nb膜の歩留りを向上させることを可能にしたスパッタターゲットを提供することを目的としている。

#### 発明の開示

本発明における第1のスパッタターゲットは、Ta含有量が3000ppm以下の高純度Nbからなることを特徴としている。第1のスパッタターゲットは、さらにターゲット全体のTa含有量のバラツキが $\pm 30\%$ 以内であることを特徴としている。

本発明における第2のスパッタターゲットは、高純度Nbからなるスパッタターゲットであって、前記Nbの各結晶粒は、平均結晶粒径に対して0.1~10倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が0.1~10の範囲であることを特徴としている。第2のスパッタターゲットは、さらに隣接する結晶粒の粒径サイズの比のターゲット全体としてのバラツキが $\pm 30\%$ 以内であることを特徴としている。

本発明における第3のスパッタターゲットは、酸素含有量が200ppm以下の高純度Nbからなることを特徴としている。第3のスパッタターゲットは、さらにターゲット全体の酸素含有量のバラツキが $\pm 80\%$ 以内であることを特徴としている。

Nbターゲット中に含まれるTaは、Nbに比べて酸化しやすく、ま

たTaの酸化物 ( $Ta_2O_5$  など) は非常に安定な性質を有する。さらに、TaはAlとの反応性が高く、ある温度以上では $Al_3Ta$ などの金属間化合物を形成する。このような酸化物や金属間化合物が配線中に存在すると、抵抗率を上昇させる働きを示す。

そこで、第1のスパッタターゲットにおいては、不純物としてのTa含有量を3000ppm以下としている。さらに、ターゲット全体のTa含有量のバラツキを±30%以内としている。Ta含有量を低減した高純度Nbターゲットによれば、それを用いて成膜したNb膜中のTa量を低く抑えることができる。従って、 $Ta_2O_5$  や $Al_3Ta$ などの生成に起因する配線膜の抵抗率の上昇を大幅に抑制することが可能となる。

また、第3のスパッタターゲットにおいては、不純物としての酸素含有量を200ppm以下としている。さらに、ターゲット全体の酸素含有量のバラツキを±80%以内としている。高純度Nbターゲット中の酸素含有量を低減することによって、それを用いて成膜したNb膜中の酸素量を低く抑えることができる。これによって、配線膜の抵抗率を上昇させる要因の一つとなる $Ta_2O_5$ などの生成が抑制され、その結果として配線膜の低抵抗率化を実現することが可能となる。

従来のNbターゲットを用いた配線膜の抵抗率を、例えば  $4\mu\Omega\text{cm}$ 以下に再現性よく抑えることができなかった理由は、上述したNbに含まれるTaに起因するものである。このことは本発明者らによつてはじめて見出されたものである。本発明のスパッタターゲットは、このようなNb膜中に存在するTa、特に $Ta_2O_5$ などのTa酸化物が配線膜に及ぼす影響を見出すことにより成されたものである。

また、従来のNbターゲットから突発的に発生する巨大なダスト（パーティクル）については、熱影響による歪みを結晶粒が回復しようとした際に、結晶粒のサイズに異なる歪み量の差が原因となることを見出



した。すなわち、隣接する結晶粒の粒径サイズが大きく異なっていると、大きな結晶粒が歪みを回復する過程において、それに隣接して存在する小さな結晶粒が多大な応力を受ける。その結果として、小さな結晶粒の一部もしくはそのもの自体が飛散して、巨大なダストとして基板上に付着する。

そこで、本発明の第2のスパッタターゲットにおいては、隣接する結晶粒の粒径サイズの比を0.1~10の範囲としている。このように、隣接する結晶粒の粒径サイズの比を小さくすることによって、結晶粒が歪みを回復しようとする過程で生じる応力差を緩和することができる。これによって、巨大なダストの発生が抑制され、Nb膜やそれを具備する配線膜の歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

#### 図面の簡単な説明

図1は本発明のスパッタターゲットを使用して形成したDD配線構造を有する半導体デバイスの一構成例を示す図である。

#### 発明を実施するための形態

以下、本発明を実施するための形態について説明する。

本発明のスパッタターゲットは、高純度Nbからなるものである。スパッタターゲット中の不純物元素量は、一般的に低減することが好ましいとされているが、本発明はNbターゲットを用いて成膜したNb膜の特性に特に影響を及ぼす不純物元素を見出し、それに基づいて特定の不純物元素量を低減すると共に、不純物元素量のバラツキを低く抑えたものである。

具体的には、本発明のスパッタターゲットはTaの含有量が3000ppm以下の高純度Nbからなる。さらに、本発明のスパッタターゲットは、

酸素含有量が200ppm以下の高純度Nbからなることが好ましい。

ここで、NbとTaは隣接した関係にあり、Nb原料には必ずTaが含まれている。これらNbとTaは一般的に高融点金属と呼ばれており、また共に5A族元素であるため、非常に類似した性質を有している。そのため、NbからTaを分離することは容易ではなく、通常のNb材には不純物元素として比較的多くのTaが含まれている。

しかし、Taは酸化しやすく、また $Ta_2O_5$ などのTa酸化物は非常に安定な性質を有する。さらに、TaはAlとの反応性が高く、ある温度以上では $Al_3Ta$ などの金属間化合物を形成する。これらTaを含む酸化物や金属間化合物が配線膜中に存在すると、抵抗率を上昇させる働きを示す。

Nbターゲット中のTa含有量が多い場合や、Ta含有量のバラツキが大きい場合には、それを用いて成膜したNb膜中やその上に成膜されるAl膜との界面に、急速的に $Ta_2O_5$ や $Al_3Ta$ が形成され、配線膜の抵抗率を上昇させることになる。実際に溝配線にNb膜をスパッタ成膜した後にAl-Cu膜を形成し、その界面について調査した結果、 $Ta_2O_5$ が多量に検出され、そのようなAl配線膜は抵抗率が高いことが判明した。この結果から、従来のNbターゲットを用いた配線膜の抵抗率を、例えば $4\mu\Omega\text{cm}$ 以下に再現性よく抑えることができなかった理由は、上述したNbに含まれるTa、さらには $Ta_2O_5$ などの生成原因となる酸素に起因することを見出した。

そこで、本発明のスパッタターゲットにおいては、ターゲットを構成するNb中のTa含有量を3000ppm以下としている。このように、Nbターゲット中のTa含有量を3000ppm以下とすることによって、それを用いて成膜したNb膜中のTa量を低減することができる。従って、Nb膜中やその上に成膜されるAl膜との界面に形成もしくは存在する

$Ta_2O_5$  や  $Al_3Ta$  などの量は大幅に低下する。

さらに、本発明のスパッタターゲットにおいては、ターゲットを構成するNb中の酸素含有量を200ppm以下としている。このようなNbターゲットを用いて成膜したNb膜は、Ta酸化物( $Ta_2O_5$  など)の一方の生成原因となる酸素量が低いことから、Nb膜とその上に成膜されるAl膜(あるいはAl合金膜)との界面などに析出される $Ta_2O_5$ の量を大幅に低減することができる。

これらによって、Nb膜を具備する配線膜の抵抗率を大幅に低下させることができる。特に、ライナー材としてNb膜を有するAl配線膜の低抵抗化に大きく寄与する。スパッタターゲット中のTa含有量は2000ppm以下とすることがより好ましく、さらに好ましく1000ppm以下である。また、スパッタターゲット中の酸素含有量は150ppm以下とすることがより好ましく、さらに好ましく100ppm以下である。これらによって、より一層配線膜の抵抗率を下げるることができる。

本発明のスパッタターゲット中のTa含有量のバラツキは、ターゲット全体として±30%以内とすることが好ましい。このように、ターゲット全体のTa含有量のバラツキを低く抑えることによって、それを用いて形成した配線膜全体の抵抗率を再現性よく下げることが可能となる。ターゲット全体のTa含有量のバラツキは15%以内とすることがさらに好ましい。

また、本発明のスパッタターゲット中の酸素含有量のバラツキは、ターゲット全体として±80%以内とすることが好ましい。このように、ターゲット全体の酸素含有量のバラツキを低く抑えることによって、それを用いて形成した配線膜全体の抵抗率を再現性よく下げることが可能となる。ターゲット全体の酸素含有量のバラツキは50%以内とすることがより好ましく、さらに好ましくは30%以内である。

上述したTa含有量および酸素含有量のバラツキは、以下のようにして求めた値を指すものである。例えば、直径320～330mmのスパッタターゲットの表面から9点の分析用サンプルを採取する。各サンプルは、ターゲットの中心と中心に対してX軸方向およびY軸方向にそれぞれ75mm、150mmの各位置から採取する。これら9点の分析用サンプルのTa含有量および酸素含有量を測定する。それらの最大値および最小値から以下の式に基づいてバラツキを求める。

$$\text{バラツキ} [\%] = \{ (\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値}) \} \times 100$$

Ta含有量については、通常使用されているICP-AES（結合プラズマ原子発光分光分析）により測定した値とする。酸素含有量については、通常使用されているLECO社の不活性ガス融解・赤外線吸収法により測定した値とする。また、サンプルの採取位置は、ターゲットサイズに応じて適宜調整するものとする。

なお、本発明のスパッタターゲット中のTaおよび酸素以外の不純物元素については、一般的な高純度金属材のレベル程度であれば多少含んでいてもよい。しかし、配線抵抗の低減などを図る上で、他の元素についても同様に減少させることが好ましい。

本発明の高純度Nbからなるスパッタターゲットは、さらにそれを構成するNb結晶粒の大きさを以下のように制御することが好ましい。すなわち、各結晶粒の粒径を平均結晶粒径に対して0.1～10倍の範囲とすると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比を0.1～10の範囲とする。

ここで、ターゲットの結晶粒径とダストとの関係は数多く報告されている。通常、ダストと呼ばれているものは、スパッタリングにより飛散した粒子がスパッタ装置内に配置されている防着板やターゲットの非エロージョン領域に付着し、これらが剥離して生じるフレーク状ものや、結晶粒間のギャップに生じた電位差により異常放電が発生し、これに基

づいて生じるスプラッシュと呼ばれる溶融粒子などである。いずれにしても、通常は大きさが  $0.2 \sim 0.3 \mu\text{m}$  程度のものを指している。

しかし、従来のNbターゲットから突発的に発生するダストは、大きさが  $1 \mu\text{m}$  以上とこれまでのダストと比較して極めて大きい。また、形状も岩石のような塊状である。この塊状のダストについて種々調査した結果、結晶粒の一部もしくは結晶粒自体がスパッタリングにより抽出されたようなモードになっていることが判明した。そこで、本発明者らは隣接する結晶粒のサイズに着目して調査した結果、隣接する結晶粒の粒径サイズに大きな差が生じている場合に、上述したような巨大なダストが発生することを見出した。

すなわち、ターゲット表面はスパッタリングによりかなりの熱影響を受け、それぞれの結晶粒が有する歪みを回復しようとする。各結晶粒が有している歪み量は、結晶粒のサイズによって異なる。大きな結晶粒が歪みを回復する過程において、それに隣接して小さな結晶粒が存在していると多大な応力を受ける。その結果として、小さな結晶粒の一部もしくはそのもの自体が飛散してしまうという現象が引き起こされる。

このような隣接する結晶粒の粒径サイズの差に起因して、結晶粒の一部もしくはそのもの自体が飛散すると、巨大ダストとして基板上に付着し、Nb膜の歩留りを低下させることになる。そこで、本発明のスパッタターゲットにおいては、隣接する結晶粒の粒径サイズの比を  $0.1 \sim 10$  の範囲としている。

隣接する結晶粒の粒径サイズの比を10倍以下もしくは $1/10$ 以上とすることによって、熱影響を受けた結晶粒が歪みを回復しようとする過程における応力差を緩和することができる。これによって、結晶粒の一部やそのもの自体の飛散を抑えることが可能となる。その結果として、巨大ダストの発生が抑制され、Nb膜やそれを具備する配線膜の歩留りを大

幅に向上させることができる。隣接する結晶粒の粒径サイズ比は 0.5～5 の範囲とすることがより好ましく、さらに好ましくは 0.5～1.5 の範囲とすることである。

また、隣接する結晶粒の粒径サイズ比のバラツキは、ターゲット全体として±30% 以内とすることが好ましい。このように、ターゲット全体の粒径サイズ比のバラツキを低く抑えることによって、それを用いて形成したNb膜全体として巨大ダストの発生を抑制することができる。ターゲット全体の隣接する結晶粒の粒径サイズ比のバラツキは±15% 以内とすることがより好ましく、さらに好ましくは±10% 以内である。

隣接する結晶粒の粒径サイズ比は、任意の倍率で測定された結晶組織写真（例えば倍率 200倍の光学顕微鏡写真）に直線を引き、その直線に掛かりかつお互いに隣接する30個の結晶粒の結晶粒径（この場合の結晶粒径は 1個の結晶粒を囲む最小円の直径を指す）を測定する。この際の隣接する結晶粒の粒径サイズの比を指すものとする。

また、粒径サイズ比のバラツキは、以下のようにして求めた値を指すものである。例えば、直径 320～330mmのスパッタターゲットの表面から 9点の分析用サンプルを採取する。各サンプルは、ターゲットの中心と中心に対してX軸方向およびY軸方向にそれぞれ75mm、150mmの各位置から採取する。これら 9点の分析用サンプルの粒径サイズ比を測定する。それらの最大値および最小値から以下の式に基づいてバラツキを求める。

$$\text{バラツキ} [\%] = \{ (\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値}) \} \times 100$$

スパッタターゲット中のNb結晶粒は、上記したように隣接する結晶粒間の粒径サイズ比を 0.1～10の範囲とすることが特に重要であるが、Nb結晶粒の全体的な結晶粒径のバラツキが大きいと、スパッタ率の異なる結晶粒が多くなり、隣り合う結晶粒間の段差がより大きくなる。こ

のため、Nb結晶粒の結晶粒径は平均結晶粒径に対して0.1~10倍の範囲とする。

Nb結晶粒の具体的な平均結晶粒径は100 $\mu\text{m}$ 以下の範囲とすることが好ましい。平均結晶粒径が100 $\mu\text{m}$ を超えるとダストが増加し、得られる薄膜の配線抵抗率のバラツキが大きくなる。Nb結晶粒の平均結晶粒径は75 $\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、さらに好ましくは50 $\mu\text{m}$ 以下である。

なお、Nb結晶粒の平均結晶粒径は、以下のようにして求めた値とする。まず、スパッタターゲットの表面から組成バラツキの測定の場合と同様してサンプルを採取する。各サンプルを研磨し、表面をHF:HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O=2:2:1のエッチング液でエッチングした後、光学顕微鏡で組織観察を行う。倍率200倍の光学顕微鏡写真上に直径50mmの円を描き、その円内に含まれると共に、円周により切られない結晶粒の個数（個数A）と、円周により切られる結晶粒の個数（個数B）とを数える。そして、[円内の結晶粒の総数=個数A+個数B/2]に基づいて結晶粒1個の面積を算出する。1個の結晶粒の断面を円と見なし、平均結晶粒径をその直径として算出する。

本発明のスパッタターゲットは、例えば以下のようにして作製することができる。

まず、スパッタターゲットの形成原料となる高純度Nbを作製する。具体的には、Ta含有量が3000ppm以下のNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有精鉱を化学的に処理して高純度酸化物とする。次いで、Alによるテルミット還元法を利用して粗金属Nbを得る。これを例えば電子ビーム（EB）溶解して高純度Nbを精製する。

この際、EB溶解などによる溶解工程は、Ta含有量の減少やバラツキの低減、さらには酸素含有量の減少やバラツキの低減を目的として、

複数回繰り返し実施することが好ましい。T a 含有量のバラツキの低減には、ゾーンリファリングによりN b 中に存在しているT a を均一分散させることも効果的である。

次に、得られたN b のインゴットに対して鍛造、圧延による塑性加工を施す。この塑性加工時の加工率は例えば50～98%とする。このような加工率の塑性加工によれば、インゴットに適当量の熱エネルギーを与えることができ、そのエネルギーによってT a や酸素の均質化（バラツキの減少）を図ることができる。塑性加工工程においては、必要に応じて中間熱処理を実施してもよい。

また、上述した塑性加工により付与されるエネルギーは、インゴットが有する結晶粒を破壊する。さらに、微小内部欠陥の除去に対しても有効な作用をもたらす。その後、800～1300℃程度の温度で1時間以上の熱処理を施す。塑性加工により一旦結晶粒を破壊したN b 材に対して熱処理を施し、N b の結晶組織を再結晶組織とすることによって、N b 結晶粒の結晶粒径を制御することができる。具体的には、各結晶粒の結晶粒径を平均結晶粒径に対して0.1～10倍の範囲とすると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズ比を0.1～10の範囲とすることができる。再結晶組織化はT a 含有量や酸素含有量のバラツキの低減にも寄与する。

このようにして得られる高純度N b 素材を所望の円板状に機械加工し、これを例えばA l からなるバックリングプレートと接合する。バックリングプレートとの接合には、ホットプレスなどによる拡散接合を適用することが好ましい。拡散接合時の温度は400～600℃の範囲とすることが好ましい。これは融点が660℃であるA l の塑性変形の防止すると共に、ターゲット中のT a 原子や酸素原子の拡散を防止し、さらにターゲット中のN b 結晶粒の結晶粒径に悪影響を及ぼすことを防止するためである。ここで得られた素材を所定サイズに機械加工することによって、本発明



のスパッタターゲットが得られる。

本発明のスパッタターゲットは、各種電子デバイスの配線膜形成用として用いることができるが、A1膜（またはA1合金膜）に対するライナー材としてのNb膜を形成する際に特に好ましく用いられる。本発明のスパッタターゲットを用いてスパッタ成膜してなるNb膜は、Ta含有量が3000ppm以下、さらに2000ppm以下、1000ppm以下となり、そのバラツキは±30%以内、さらに15%以内となる。また、酸素含有量については200ppm以下、さらに150ppm以下、100ppm以下となり、そのバラツキについては±80%以内、さらに50%以内、30%以内となる。加えて、ダスト（特に巨大ダスト）の存在数が極めて少ないものである。

このようなNb膜は、上述したようにA1配線のライナー材に好適であり、本発明により得られるNb膜上にA1膜やA1合金膜を存在させて配線膜が構成される。このような配線膜によれば、DD配線技術を適用する際に好適な配線膜構造を提供することができる。そして、256Mビットや1GビットのDRAMなどに求められている、例えば $4\mu\Omega\text{cm}$ 以下という抵抗率を十分にかつ再現性よく満足させることが可能となる。これは信号遅延の抑制に大きく貢献する。さらに、高密度配線を高信頼性の下で再現性よく実現することが可能となる。これは配線膜の歩留り向上に大きく貢献する。

上述したような配線膜は、半導体デバイスに代表される各種の電子部品に使用することができる。具体的には、ULSIやVLSIなどの半導体デバイス、さらにはSAWデバイス、TPH、LCDデバイスなどの電子部品が挙げられる。

図1は、本発明のスパッタターゲットを使用して形成したNb膜を有するDD配線構造を具備する半導体デバイスの一構成例を示す断面図である。図1において、1は素子構造が形成されたSi基板である。Si

基板 1 上には絶縁膜 2 が形成されており、この絶縁膜 2 にはコンタクトホール（図示せず）を介して素子構造に接続された第 1 の A 1 配線 3 が形成されている。

第 1 の A 1 配線 3 を有する絶縁膜 2 上には層間絶縁膜 4 が形成されており、この層間絶縁膜 4 に配線溝 5（5 a、5 b、5 c）が設けられている。配線溝 5 a、5 c は層間絶縁膜 4 の表面部に設けられている。配線溝 5 b は第 1 の A 1 配線 3 に達するように形成されており、接続孔（ビアホール）である。

各配線溝 5 a、5 b、5 c 内には、まず本発明のスパッタターゲットを使用して形成した Nb 膜 6 がライナー材として形成されている。そして、この Nb 膜 6 上に A 1 膜または A 1 合金膜からなる第 2 の A 1 配線 7 が形成されている。これらによって、DD 構造の A 1 配線膜 8 が構成されている。なお、図中 9 は絶縁膜である。

本発明のスパッタターゲットを使用して形成した Nb 膜 6 を有する A 1 配線膜 8 は、前述したように  $4\mu\Omega\text{cm}$  以下というような抵抗率を満足するものであるため、例えば 256Mビットや 1Gビット以上の DRAM などの半導体デバイスの動作特性や信頼性を高めることが可能となる。さらに、巨大ダストの混入などが少ないことから、高密度配線を高信頼性の下で再現性よく実現することが可能となる。

次に、本発明の具体的な実施例およびその評価結果について述べる。

#### 実施例 1

まず、Ta 含有量が 3000ppm 以下の  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  含有精鉱を化学的に処理して高純度酸化物とし、これを A 1 によるテルミット還元法を利用して粗金属 Nb を得た。このような粗金属 Nb をいくつか用意し、これらを 1 回から複数回の間で適宜 EB 溶解して、Ta 含有量が異なる 6 種類の Nb インゴット（直径 230mm）を作製した。

これら各Nbインゴットを直径 130mmになるまで絞り鍛造し、これを 1400℃でアニールした後、再び直径 230～ 240mmまで鍛造し、さらにクロス圧延で直径 320～ 330mmの円板状とした。これら円板状のNb板に対してそれぞれ1100℃×120minの条件で熱処理を施すことによって、再結晶組織とした。

上記した熱処理後の各Nb板を切削加工して接合用Nb板とし、これらと予め用意したバックングプレート用Al合金板とを、温度 400～ 600℃、圧力250kg/cm<sup>2</sup>の条件でホットプレスして、ターゲット素材となる接合体を作製した。このようにして得た各接合体を直径 320mm×厚さ10mmまで機械加工することによって、目的とするNbスパッタターゲットをそれぞれ得た。

このようにして得た 6種類のNbターゲットのTa含有量とそのバラツキを前述した方法に基づいて測定した。Ta含有量は通常使用されているICP-AES（結合プラズマ原子発光分光分析装置：セイコー電子工業社製SPS1200A（商品名））によって分析した。Nbターゲット中のTa含有量とそのバラツキを表 1 に示す。

次に、上記した 6種類のNbスパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：ライナースパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5}$  (Pa)、出力DC：15 (kW)、スパッタ時間：1 (min)の条件下で、予め配線溝を形成したSiウエハ(8インチ)上にNb膜を成膜し、配線溝内を含めて厚さ 0.5μmのライナー膜を形成した。その後、Al-0.5wt%Cuターゲットを用いて、上記した条件と同様な条件下でスパッタを実施し、厚さ 1μm程度のAl薄膜を形成した。これをリフロー処理によって配線溝内に充填した後、余分なAl膜をCMPで除去することにより配線を形成した。これら各配線の抵抗率を測定した。その結果を表 1 に示す。

表 1

ターゲット No	Ta 含有量 (ppm)	Ta 含有量の バラツキ (%)	配線抵抗率 ( $\mu\Omega\text{cm}$ )
No. 1	550	11	3.1
No. 2	1550	27	3.5
No. 3	1830	40	3.9
No. 4	2540	5	3.8
No. 5	3300	17	10.5
No. 6	8220	58	15.8

表 1 から明らかなように、試料 1 ～試料 4 の本発明の Nb ターゲットを用いて成膜した Nb 膜を具備する配線膜は、抵抗率が他の配線膜と比較して半分以下であることが判明した。このような Nb ライナー膜を有する配線膜を使用することによって、配線の低抵抗率化を図ることができ、さらには製品歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

#### 実施例 2

実施例 1 と同様にして作製した粗金属 Nb を 3 回 EB 溶解してインゴットを作製した。この Nb インゴットを実施例 1 と同一条件で塑性加工した後、熱処理条件を変えて 6 種類の Nb 材を作製した。熱処理温度は 300℃、600℃、800℃、1100℃、1300℃とし、それぞれ 60min の熱処理を行った。また、熱処理を施さない Nb 材を作製した。

このような 6 種類の Nb 材を用いて、それぞれ実施例 1 と同様にして Nb スパッタターゲットを作製した。Ta 含有量については、実施例 1 と同様に IPC-AES によって分析した。Ta 含有量は 1830ppm、そのバラツキは 20%であった。

次に、上記した 6 種類の Nb スパッタターゲットをそれぞれ用いて、

スパッタ方式：ライナースパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5}$  (Pa)、出力DC：15 (kW)、スパッタ時間：1 (min) の条件下で、予め配線溝を形成したSiウエハ(8インチ)上にNb膜を成膜し、配線溝内を含めて厚さ  $0.5 \mu\text{m}$  のライナー膜を形成した。その後、Al-0.5wt%Cuターゲットを用いて、上記した条件と同様な条件下でスパッタを実施し、厚さ  $1 \mu\text{m}$  程度のAl薄膜を形成した。これをリフロー処理によって配線溝内に充填した後、余分なAl膜をCMPで除去することにより配線を形成した。これら各配線の抵抗率を測定した。その結果を表2に示す。

表 2

ターゲット No	熱処理温度 (℃)	配線抵抗率 ( $\mu\Omega\text{cm}$ )
No. 1	無処理	3.8
No. 2	300	3.7
No. 3	600	3.5
No. 4	800	3.2
No. 5	1100	3.1
No. 6	1300	3.1

表2から明らかなように、本発明のNbスパッタターゲットを用いて成膜したNb膜を具備する配線膜は良好な抵抗率を示した。よって、このようなNbライナー膜を有する配線膜を用いることによって、配線の低抵抗率化を図ることができ、さらには製品歩留まりを大幅に向上させることが可能となる。

### 実施例 3

まず、酸素量を変化させた粗金属Nbを用意し、これらを1回から複数回の間で適宜EB溶解して、酸素含有量が異なる6種類のNbインゴ

ット（直径 230mm）を作製した。

これら各Nbインゴットを直径 130mmになるまで絞り鍛造し、これを 1400℃でアニールした後、再び直径 230～240mmまで鍛造し、さらにクロス圧延で直径 320～330mmの円板状とした。これら円板状のNb板に対してそれぞれ1100℃×120minの条件で熱処理を施すことによって、再結晶組織とした。

上記した熱処理後の各Nb板を切削加工して接合用Nb板とし、これらと予め用意したバックグプレート用Al合金板とを、温度 400～600℃、圧力250kg/cm<sup>2</sup>の条件でホットプレスして、ターゲット素材となる接合体を作製した。このようにして得た接合体を直径 320mm×厚さ 10mmまで機械加工することによって、目的とするNbスパッタターゲットをそれぞれ得た。

このようにして得た 6種類のNbターゲットの酸素含有量とそのバラツキを前述した方法に基づいて測定した。酸素含有量は通常使用されている不活性ガス融解・赤外線吸収装置（LECO社製TC-436（商品名））により測定した。Nbターゲット中の酸素含有量とそのバラツキを表 3 に示す。

次に、上記した 6種類のNbスパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：ライナースパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5}$  (Pa)、出力DC：10 (kW)、スパッタ時間：3 (min)の条件下で、予め配線溝を形成したSiウエハ（8インチ）上にNb膜を成膜し、配線溝内を含めて厚さ20μmのライナー膜を形成した。その後、Al-0.5wt%Cuターゲットを用いて、上記した条件と同様な条件下でスパッタを実施し、厚さ 1μm程度のAl薄膜を形成した。これをリフロー処理によって配線溝内に充填した後、余分なAl膜をCMPで除去することにより配線を形成した。これら各配線の抵抗率を測定した。その結果を表 3 に示す。

表 3

ターゲット No	酸素含有量 (ppm)	酸素含有量の バラツキ (%)	配線抵抗率 ( $\mu\Omega\text{cm}$ )
No. 1	10	$\pm 82$	4.2
No. 2	10	$\pm 40$	3.0
No. 3	50	$\pm 23$	3.1
No. 4	60	$\pm 64$	3.1
No. 5	100	$\pm 27$	3.2
No. 6	110	$\pm 68$	3.4
No. 7	140	$\pm 38$	3.5
No. 8	320	$\pm 31$	4.1
No. 9	630	$\pm 22$	4.4
No. 10	820	$\pm 20$	4.7

表 3 から明らかなように、本発明の Nb スパッタターゲット（試料 2 ～試料 7）を用いて成膜した Nb 膜を具備する配線膜は、抵抗率が他の配線膜と比較して低いことが判明した。従って、このような Nb ライナー膜を有する配線膜を使用することによって、配線の低抵抗率化を図ることができ、さらには製品歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

#### 実施例 4

実施例 3 における試料 3 のターゲットと同一条件で、Nb インゴットを作製した。この Nb インゴットを実施例 3 と同一条件で塑性加工した後、熱処理条件を変えて 6 種類の Nb 材を作製した。熱処理温度は 300℃、600℃、800℃、1100℃、1300℃ とし、それぞれ 60min の熱処理を行った。また、熱処理を施さない Nb 材を作製した。

このような 6 種類の Nb 材を用いて、それぞれ実施例 1 と同様にして

Nbスパッタターゲットを作製した。酸素含有量について、実施例3と同様にして測定した結果、実施例3における試料3のターゲットとほぼ同様な値を示した。

次に、上記した6種類のNbスパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：ライナースパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5}$  (Pa)、出力DC：10 (kW)、スパッタ時間：3 (min)の条件下で、予め配線溝を形成したSiウエハ(8インチ)上にNb膜を成膜し、配線溝内を含めて厚さ $20 \mu\text{m}$ のライナー膜を形成した。その後、Al-0.5wt%Cuターゲットを用いて、上記した条件と同様な条件下でスパッタを実施し、厚さ $1 \mu\text{m}$ 程度のAl薄膜を形成した。これをリフロー処理によって配線溝内に充填した後、余分なAl膜をCMPで除去することにより配線を形成した。これから各配線の抵抗率を測定した。その結果を表4に示す。

表4

ターゲット No	熱処理温度 (℃)	配線抵抗率 ( $\mu\Omega\text{cm}$ )
No. 1	無処理	4.9
No. 2	300	4.3
No. 3	600	3.8
No. 4	800	3.1
No. 5	1100	2.9
No. 6	1300	3.0

表4から明らかなように、本発明のNbスパッタターゲット(試料3～試料6)を用いて成膜したNb膜を具備する配線膜は、良好な抵抗率を示した。従って、このようなNbライナー膜を有する配線膜を用いることによって、配線の低抵抗率化を図ることができ、さらには製品歩留り



を大幅に向上させることが可能となる。

#### 実施例 5

まず、実施例 1 と同様にして作製した粗金属 Nb を EB 溶解して、直径 230mm の Nb インゴットを作製した。このような Nb インゴットに対して実施例 1 と同様な鍛造および圧延を施した。ただし、各段階での加工条件を変えることによって、それぞれ表 5 に示す加工率で塑性加工した。なお、加工率の計算方法は、 $\{ 100 - (\text{塑性加工後の Nb 材の厚さ} / \text{インゴットの長さ}) \times 100 \}$  とする。

このようにして得た円板状の Nb 板に対して、それぞれ  $1100^{\circ}\text{C} \times 120 \text{ min}$  の条件で熱処理を施して再結晶組織とした。これら各 Nb 板を切削加工して接合用 Nb 板とし、これらと予め用意したバックグプレート用 Al 合金板とを、温度  $400 \sim 600^{\circ}\text{C}$ 、圧力  $250 \text{ kg/cm}^2$  の条件でホットプレスして、ターゲット素材となる接合体を作製した。このようにして得た接合体を直径  $320 \text{ mm} \times$  厚さ  $10 \text{ mm}$  まで機械加工することによって、目的とする Nb スパッタターゲットをそれぞれ得た。

次に、上記した各 Nb スパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：DC スパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 、出力 DC：15kW、スパッタ時間：1min の条件下で、Si ウエハ (8 インチ) 上に厚さ  $0.5 \mu\text{m}$  の Nb 膜をそれぞれ成膜した。なお、成膜した Si 基板の枚数はそれぞれ 500 枚とした。

これら各 Nb 膜について、Nb 結晶粒の平均結晶粒径に対する粒径範囲、隣接する結晶粒の粒径サイズ比およびそのバラツキを測定した。さらに、各 Nb 膜中に存在する大きさ  $1 \mu\text{m}$  以上の巨大ダストの数を測定した。それらの結果を表 5 に示す。

表 5

ターゲット No	加工率 (%)	平均結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )	平均結晶粒径に対する 結晶粒径の範囲 (%)	隣接する結晶粒の粒径サイズ比		ダストの平均個数 (大きさ $1\mu\text{m}$ 以上) (個/枚)
				粒径サイズ比	TG中のバラツキ (%)	
1	95	30	0.7	0.6	2	0
2	87	70	4.5	1.2	5	0
3	55	100	7.8	5.8	12	0
4	25	190	0.05	5	35	0.8
5	33	280	15.8	17	45	0.6
6	14	350	23.2	58	67	1.2

表 5 から明らかなように、本発明の Nb スパッタターゲット (試料 1 ~ 試料 3) を用いて成膜した Nb 膜では、巨大ダストが存在していないのに対し、本発明との比較例として作製した Nb スパッタターゲット (試料 4 ~ 試料 6) では、それを用いて成膜した Nb 膜中に巨大ダストが存在していることが分かる。従って、このような本発明の Nb 膜を用いることによって、配線膜およびそれを用いた各種デバイスの歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

#### 実施例 6

実施例 5 と同様にして、加工率 85% で鍛造および圧延を施した Nb 板に対し、熱処理なし、あるいは 300℃、600℃、800℃、1100℃、1300℃で 60min の熱処理を施して、6 種類の Nb 材を作製した。これら 6 種類の Nb 材を用いて、それぞれ実施例 1 と同様にして Nb スパッタターゲットを作製した。

次に、上記した 6 種類の Nb スパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：DC スパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5}$  Pa、出力 DC：15kW、ス

パッタ時間：1minの条件下で、S i ウエハ (8インチ) 上に厚さ  $0.5\mu\text{m}$  のNb膜をそれぞれ成膜した。なお、成膜したS i 基板の枚数はそれぞれ 500枚とした。

これら各Nb膜について、Nb結晶粒の平均結晶粒径に対する粒径範囲、隣接する結晶粒の粒径サイズ比およびそのバラツキを測定した。さらに、各Nb膜中に存在する大きさ  $1\mu\text{m}$  以上の巨大ダストの数を測定した。それらの結果を表6に示す。

表 6

ターゲット No	熱処理温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	平均結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )	平均結晶粒径に対する 結晶粒径の範囲 (%)	隣接する結晶粒の粒径サイズ比		ダストの平均個数 (大きさ $1\mu\text{m}$ 以上) (個/枚)
				粒径サイズ比	TG中のバラツキ (%)	
1	無処理	—	—	—	—	3.5
2	300	—	—	—	—	1.2
3	600	—	—	—	—	0.1
4	800	10	0.5	7.8	1.2	0
5	1100	30	1.3	1.1	4.4	0
6	1300	70	4.7	0.7	12	0

表6から明らかなように、本発明のNbスパッタターゲット (試料4～試料6) を用いて成膜したNb膜では、巨大ダストが存在していないのに対し、本発明との比較例として作製したNbスパッタターゲット (試料1～試料3) では、それを用いて成膜したNb膜中に巨大ダストが存在していることが分かる。従って、このような本発明のNb膜を用いることによって、配線膜およびそれを用いた各種デバイスの歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

#### 産業上の利用可能性

本発明のNbスパッタターゲットは、従来達成することができなかった低抵抗率の配線膜を得ることを可能したものである。あるいは、巨大ダストの発生を再現性よく抑制することを可能にしたものである。従って、このようなスパッタターゲットを用いて成膜した配線膜によれば、配線の低抵抗率化を図ることができ、さらに信頼性や歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

## 請 求 の 範 囲

1. T a 含有量が3000ppm 以下の高純度N b からなることを特徴とするスパッタターゲット。
2. 請求項1 記載のスパッタターゲットにおいて、  
ターゲット全体の前記T a 含有量のバラツキが±30% 以内であることを特徴とするスパッタターゲット。
3. 請求項1 記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記T a 含有量が1000ppm 以下であることを特徴とするスパッタターゲット。
4. 請求項1 記載のスパッタターゲットにおいて、  
酸素含有量が200ppm以下であることを特徴とするスパッタターゲット。
5. 請求項1 記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記N b の平均結晶粒径が 100 $\mu$ m 以下であることを特徴とするスパッタターゲット。
6. 請求項1 記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記N b の各結晶粒は、平均結晶粒径に対して 0.1～10倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が 0.1～10の範囲であることを特徴とするスパッタターゲット。
7. 請求項1 記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記スパッタターゲットはバックングプレートと接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。
8. 請求項7 記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記スパッタターゲットと前記バックングプレートとは拡散接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。
9. 請求項1 記載のスパッタターゲットにおいて、

A 1 膜または A 1 合金膜に対するライナー材としての N b 膜の形成に用いられることを特徴とするスパッタターゲット。

10. 高純度 N b からなるスパッタターゲットであって、前記 N b の各結晶粒は、平均結晶粒径に対して 0.1~10 倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が 0.1~10 の範囲であることを特徴とするスパッタターゲット。

11. 請求項 10 記載のスパッタターゲットにおいて、

ターゲット全体の前記隣接する結晶粒の粒径サイズの比のバラツキが  $\pm 30\%$  以内であることを特徴とするスパッタターゲット。

12. 請求項 10 記載のスパッタターゲットにおいて、

前記隣接する結晶粒の粒径サイズの比が 0.5~5 の範囲であることを特徴とするスパッタターゲット。

13. 請求項 10 記載のスパッタターゲットにおいて、

前記 N b の平均結晶粒径は  $100\mu\text{m}$  以下であることを特徴とするスパッタターゲット。

14. 請求項 10 記載のスパッタターゲットにおいて、

酸素含有量が 200ppm 以下であることを特徴とするスパッタターゲット。

15. 請求項 10 記載のスパッタターゲットにおいて、

前記スパッタターゲットはバックングプレートと接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。

16. 請求項 15 記載のスパッタターゲットにおいて、

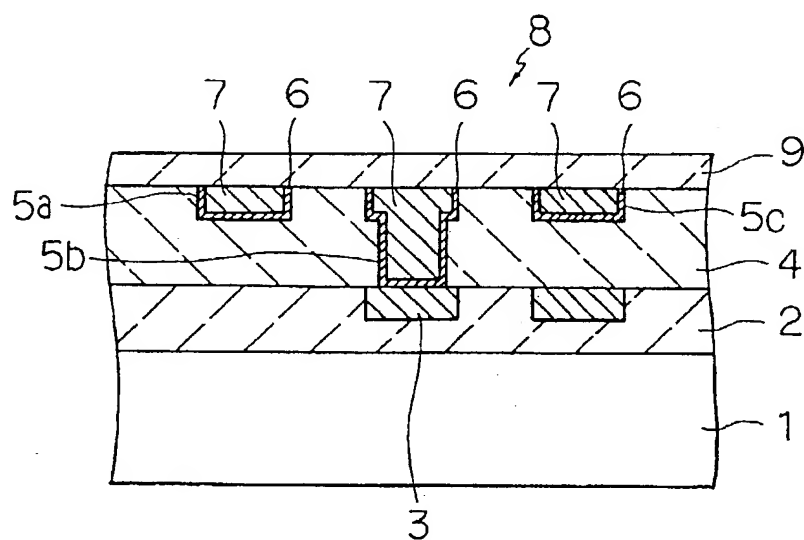
前記スパッタターゲットと前記バックングプレートとは拡散接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。

17. 請求項 11 記載のスパッタターゲットにおいて、

A 1 膜または A 1 合金膜に対するライナー材としての N b 膜の形成に用いられることを特徴とするスパッタターゲット。

18. 酸素含有量が200ppm以下の高純度Nbからなることを特徴とするスパッタターゲット。
19. 請求項18記載のスパッタターゲットにおいて、  
ターゲット全体の前記酸素含有量のバラツキが±80%以内であることを特徴とするスパッタターゲット。
20. 請求項18記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記酸素含有量が100ppm以下であることを特徴とするスパッタターゲット。
21. 請求項18記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記スパッタターゲットはバックングプレートと接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。
22. 請求項21記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記スパッタターゲットと前記バックングプレートとは拡散接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。
23. 請求項18記載のスパッタターゲットにおいて、  
Al膜またはAl合金膜に対するライナー材としてのNb膜の形成に用いられることを特徴とするスパッタターゲット。

FIG. 1





## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/03407

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>6</sup> C23C14/34, H01L21/285

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>6</sup> C23C14/00-14/58, C22C1/02, 27/02, H01L21/285, 21/3205

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1999

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1999 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
JOIS, ECLA

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP, 63-138790, A (Director General, Agency of Industrial Science and Technology), 10 June, 1988 (10. 06. 88), Page 1, left column, lines 5 to 9 (Family: none)	1, 3, 4, 7-9, 18, 20-23 2, 5, 6, 10-17, 19
Y A	JP, 62-103335, A (Toyo Soda Manufacturing Co., Ltd.), 13 May, 1987 (13. 05. 87), Page 1, left column, lines 5, 6 ; page 2, upper left column, line 20 to page 3, upper left column, line 3 ; Table 2 (Family: none)	1, 3, 4, 7-9, 18, 20-23 2, 5, 6, 10-17, 19
Y A	JP, 3-36229, A (Cabot Corp.), 15 February, 1991 (15. 02. 91), Page 1, left column, lines 6 to 12 ; page 9, lower right column, line 7 to page 10, upper left column, line 9 & GB, 2233349, A	18 4, 14, 20

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 21 September, 1999 (21. 09. 99)	Date of mailing of the international search report 28 September, 1999 (28. 09. 99)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/03407

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP, 10-158829, A (Sony Corp.), 16 June, 1998 (16. 06. 98), Page 3, column 3, line 40 to column 4, line 33 (Family: none)	7, 8, 21, 22 15, 16
Y A	JP, 9-143707, A (Hitachi Metals, Ltd.), 3 June, 1997 (03. 06. 97), Page 3, column 3, lines 13 to 36 (Family: none)	7, 8, 21, 22 15, 16
Y A	JP, 1-42857, A (Seiko Epson Corp.), 15 February, 1989 (15. 02. 89), Page 1, left column, lines 5 to 17 ; page 3 ; Fig. 2 (Family: none)	9, 23 17
Y A	EP, 307272, A2 (SGS-THOMSON MICROELECTRONICS, INC.), 15 March, 1989 (15. 03. 89), Page 4, column 5, lines 37 to 46 & JP, 1-99255, A	9, 23 17
P, A	JP, 11-54611, A (Toshiba Corp.), 26 February, 1999 (26. 02. 99), Page 3, column 4, line 27 to page 4, column 5, line 3 ; page 9, column 16, lines 30 to 41 (Family: none)	9, 17, 23

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl <sup>6</sup> C 23 C 14/34, H 01 L 21/285		
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl <sup>6</sup> C 23 C 14/00-14/58, C 22 C 1/02, 27/02, H 01 L 21/285, 21/3205		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
日本国実用新案公報 1926-1996 日本国公開実用新案公報 1971-1999 日本国登録実用新案公報 1994-1999 日本国実用新案登録公報 1996-1999		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
JOIS, ECLA		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y A	JP, 63-138790, A(工業技術院長), 10. 6月. 1988 (10. 06. 08), 第1頁左欄第5行-第9行(ファミリーなし)	1, 3, 4, 7-9 , 18, 20-23 2, 5, 6, 10- 17, 19
Y A	JP, 62-103335, A(東洋曹達工業株式会社), 13. 5月. 1987 (13. 05. 87), 第1頁左欄第5行-第6行、第2頁左上欄第20行 -第3頁左上欄第3行、及び表2(ファミリーなし)	1, 3, 4, 7-9 , 18, 20-23 2, 5, 6, 10- 17, 19
Y A	JP, 3-36229, A(キャボット コーポレイション), 15. 2月. 1991 (15. 02. 91), 第1頁左欄第6行-第12行、第9頁右下欄第7行-	18 4, 14, 20
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		
の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日	21. 09. 99	国際調査報告の発送日
		28.09.99
国際調査機関の名称及びあて先	特許庁審査官 (権限のある職員)	4G 8116
日本国特許庁 (ISA/JP)	山田 靖	
郵便番号100-8915		
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	電話番号 03-3581-1101	内線 3414

様式PCT/ISA/210 (第2ページ) (1998年7月)

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	第10頁左上欄第9行 & GB, 2233349, A	
Y A	JP, 10-158829, A(ソニー株式会社), 16. 6月. 1998 (16. 06. 98), 第3頁第3欄第40行-第4欄第33行(ファミリーなし)	7, 8, 21, 22 15, 16
Y A	JP, 9-143707, A(日立金属株式会社), 3. 6月. 1997 (03. 06. 97), 第3頁第3欄第13行-第36行(ファミリーなし)	7, 8, 21, 22 15, 16
Y A	JP, 1-42857, A(セイコーエプソン株式会社), 15. 2月. 1989 (15. 02. 89), 第1頁左欄第5行-第17行、第3頁第2図 (ファミリーなし)	9, 23 17
Y A	EP, 307272, A2(SGS-THOMSON MICROELECTRONICS, INC.), 15. 3月. 1989(15. 03. 89), 第4頁第5欄第37行-第46行 & JP, 1-99255, A	9, 23 17
P, A	JP, 11-54611, A(株式会社東芝), 26. 2月. 1999 (26. 02. 99), 第3頁第4欄第27行-第4頁第5欄第3行、第9頁 第16欄第30行-第41行(ファミリーなし)	9, 17, 23

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-104164

(43)Date of publication of application : 11.04.2000

(51)Int.Cl.

C23C 14/34  
H01L 21/285  
// C22C 27/02

(21)Application number : 11-180773

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 25.06.1999

(72)Inventor : WATANABE KOICHI

KOSAKA YASUO

WATANABE TAKASHI

ISHIGAMI TAKASHI

SUZUKI YUKINOBU

FUJIOKA NAOMI

(30)Priority

Priority number : 10182689 Priority date : 29.06.1998 Priority country : JP

10204001 17.07.1998

10212829 28.07.1998 JP

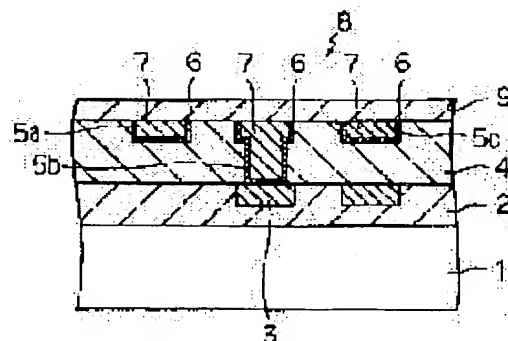
JP

## (54) SPUTTERING TARGET

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a sputtering target capable of improving the electrical properties and quality of an Nb film as a liner material for an Al film at the time of forming an Al wiring film by the application of a DD wiring technique or the like.

SOLUTION: The sputtering target is composed of high purity Nb having  $\leq 3000$  ppm Ta content and  $\leq 200$  ppm oxygen content. Variations in the Ta content in the sputtering target are regulated to  $\leq \pm 30\%$  over the entire target. Variations in the oxygen content are regulated to  $\leq \pm 80\%$  over the entire target. Respective crystalline grains of Nb in the sputtering target have a grain size of 0.1 to 10 times against the average grain size, and the ratio of grain size



## Searching PAJ

between adjacent grains is regulated to 0.1-10. The above sputtering target can be suitably used for the formation of Nb films 6 as liner material for Al wirings 3, 7.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**\* NOTICES \***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

- [Claim 1] Ta content is 3000 ppm. Spatter target characterized by the bird clapper from the following high grades Nb.
- [Claim 2] It sets at a spatter target according to claim 1, and the variation in the aforementioned Ta content of the whole target is \*\*30%. Spatter target characterized by being less than.
- [Claim 3] It sets at a spatter target according to claim 1, and the aforementioned Ta content is 1000 ppm. Spatter target characterized by being the following.
- [Claim 4] The spatter target characterized by an oxygen content being 200 ppm or less in a spatter target according to claim 1.
- [Claim 5] In a spatter target according to claim 1, the diameter of average crystal grain of Above Nb 100 micrometers Spatter target characterized by being the following.
- [Claim 6] In a spatter target according to claim 1, each crystal grain of Above Nb receives the diameter of average crystal grain. While having the particle size of the 0.1 to 10 times as many range as this, the ratio of the particle-size size of adjoining crystal grain Spatter target characterized by being the range of 0.1-10.
- [Claim 7] It is the spatter target which consists of a high grade Nb, and each crystal grain of Above Nb receives the diameter of average crystal grain. While having the particle size of the 0.1 to 10 times as many range as this, the ratio of the particle-size size of adjoining crystal grain Spatter target characterized by being the range of 0.1-10.
- [Claim 8] The variation in the ratio of the particle-size size of the crystal grain in which the whole target carries out the aforementioned contiguity in a spatter target according to claim 7 is \*\*30%. Spatter target characterized by being less than.
- [Claim 9] In a spatter target according to claim 7, the ratio of the particle-size size of the aforementioned crystal grain which carries out contiguity Spatter target characterized by being the range of 0.5-5.
- [Claim 10] It sets at a spatter target according to claim 7, and is the diameter of average crystal grain of Above Nb. 100 micrometers Spatter target characterized by being the following.
- [Claim 11] The spatter target characterized by an oxygen content being 200 ppm or less in a spatter target according to claim 7.
- [Claim 12] The spatter target with which an oxygen content is characterized by the bird clapper from the high grade Nb 200 ppm or less.
- [Claim 13] It sets at a spatter target according to claim 12, and the variation in the aforementioned oxygen content of the whole target is \*\*80%. Spatter target characterized by being less than.
- [Claim 14] The spatter target characterized by the aforementioned oxygen content being 100 ppm or less in a spatter target according to claim 12.
- [Claim 15] It is the spatter target characterized by joining the aforementioned spatter target to the back up plate in a claim 1 and a spatter target according to claim 7 or 12.
- [Claim 16] It is the spatter target characterized by carrying out diffused junction of the aforementioned spatter target and the aforementioned back up plate in a spatter target according to claim 15.
- [Claim 17] The spatter target characterized by being used for formation of Nb film as liner material to aluminum film or aluminum alloy film in a claim 1 and a spatter target according to claim 7 or 12.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] this invention relates to suitable Nb sputter target for formation of the liner material of a semiconductor device etc.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, the semiconductor industry represented by LSI is advancing quickly. In 64 M bit DRAM or the semiconductor device after it, the precision required of ultra-fine processing technology is also increasing increasingly as high integration, high-reliability-izing, and advanced features progress. In connection with the densification of such an integrated circuit, the width of face of the metal wiring formed considering aluminum or Cu as a principal component is 1/4 micrometer. It is becoming below.

[0003] On the other hand, in order to operate an integrated circuit at high speed, it becomes indispensable to reduce resistance of aluminum wiring or Cu wiring. It was common to have reduced wiring resistance by thickening the height of wiring with the conventional wiring structure. However, in the semiconductor device by which the further high integration and further densification were attained, by the old laminated structure, the coverage nature of the insulator layer formed on wiring becomes bad, and, naturally the yield will also fall. For this reason, improving the wiring technology of a device itself is called for.

[0004] Then, applying different dual (DAMASHIN DD) wiring technology from the conventional wiring technology is examined. After DD wiring technology forms the metal which makes a principal component aluminum used as wiring material, and Cu on the ground film which formed the wiring slot beforehand using the sputtering method, CVD, etc. and slushes a wiring metal into Mizouchi with heat treatment (reflow), it is the technology remove an excessive wiring metal by the CMP (Chemical Mechanical Polishing) method etc.

[0005] Here, in DD wiring structure, it becomes important how wiring Mizouchi is filled up with aluminum etc. good. The reflow technology mentioned above is applied as restoration technology. Generally as a film (liner film) which raises the reflow nature of aluminum, Ti film is used. However, by Ti film, aluminum and Ti react at a reflow process, an aluminum<sub>3</sub> Ti compound is formed, and there is a problem that wiring resistance will go up remarkably as the result.

[0006] Since it is such, the liner material to aluminum replaced with Ti is examined variously, and it is reported that use of Nb is effective also especially in it. Nb can reduce wiring resistance as compared with Ti, and can be raised also about the reflow nature of aluminum.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] by the way, the case where the application to the semiconductor memory of the next generation, such as DRAM which has 256M bit and a degree of integration beyond 1G bit, is considered -- the resistivity of a wiring film -- for example, -- 4 or less microomegacm are called for. However, by aluminum wiring film which made liner material Nb film which formed membranes using the conventional Nb target, and formed aluminum film and aluminum alloy film on it, repeatability is good in resistivity. It is in a difficult situation to hold down to 4 or less microomegacm.

[0008] in addition -- although it is necessary to reduce mixing of the dust to the inside of a wiring film etc. as much as possible -- the conventional Nb target -- for example, -- 1 micrometer There is a problem that huge dust which exceeds will occur suddenly. As the result, the product yield of a semiconductor device will fall sharply.

[0009] by aluminum wiring film which has the conventional Nb liner film which carried out \*\*\*\* membrane formation for Nb targets, 256M bit, DRAM beyond 1G bit, etc. are asked to have mentioned above -- for example, -- the resistivity of 4 or less microomegacm -- enough -- and it cannot be made satisfied with sufficient repeatability



Furthermore, during membrane formation of Nb liner film, suddenly huge dust will occur and the product yield of a semiconductor device will be reduced as the result. Thus, in the conventional Nb target, a difficult situation has the application to the semiconductor memory's of the next generation etc.

[0010] In case this invention was made in order to cope with such a technical problem, and it forms aluminum wiring film with the application of DD wiring technology etc., it aims at offering the spatter target which made it possible to raise the electrical property and quality of Nb film as liner material of aluminum film. concrete -- the resistivity of aluminum wiring film -- for example, -- Generating of the spatter target which made it possible to obtain Nb film which can be pressed down to 4 or less microomegacm with sufficient repeatability, and still more sudden huge dust is suppressed, and it aims at offering the spatter target which made it possible to raise the yield of Nb film.

[0011]

[Means for Solving the Problem] For the 1st spatter target in this invention, Ta content is 3000 ppm as indicated to the claim 1. It is characterized by the bird clapper from the following high grades Nb. For the 1st spatter target, the variation in Ta content of the whole target is \*\*30% further. It is characterized by being less than.

[0012] As the 2nd spatter target in this invention was indicated to the claim 7, it is the spatter target which consists of a high grade Nb, and each crystal grain of Above Nb receives the diameter of average crystal grain. While having the particle size of the 0.1 to 10 times as many range as this, the ratio of the particle-size size of adjoining crystal grain It is characterized by being the range of 0.1-10. For the 2nd spatter target, the variation as the whole target of the ratio of the particle-size size of the crystal grain which adjoins further is \*\*30%. It is characterized by being less than.

[0013] As the 3rd spatter target in this invention was indicated to the claim 12, the oxygen content is characterized by the bird clapper from the high grade Nb 200 ppm or less. For the 3rd spatter target, the variation in the oxygen content of the whole target is \*\*80% further. It is characterized by being less than.

[0014] Ta contained in Nb target tends to oxidize compared with Nb, and the oxides (Ta 2O<sub>5</sub> etc.) of Ta have a very stable property. Furthermore, reactivity of Ta with aluminum is high and intermetallic compounds, such as aluminum<sub>3</sub>Ta, are formed above a certain temperature. While such an oxide metallurgy intergeneric compound wires, when it exists, the work which raises resistivity is shown.

[0015] Then, it sets at the 1st spatter target and is 3000 ppm about Ta content as an impurity. It is considering as the following. Furthermore, it is the variation in Ta content of the whole target \*\*30% It is considering as less than. According to the high grade Nb target which reduced Ta content, the amount of Ta in Nb film which formed membranes using it can be stopped low. Therefore, Ta 2O<sub>5</sub> It becomes possible to suppress sharply the rise of the resistivity of the wiring film resulting from generation of aluminum<sub>3</sub>Ta etc.

[0016] The oxygen content as an impurity is set to 200 ppm or less in the 3rd spatter target. Furthermore, it is the variation in the oxygen content of the whole target \*\*80% It is considering as less than. By reducing the oxygen content in a high grade Nb target, the amount of oxygen in Nb film which formed membranes using it can be stopped low. Ta 2O<sub>5</sub> set to one of the factors which raises the resistivity of a wiring film by this etc. -- generation is suppressed and it becomes possible to realize low resistivity-ization of a wiring film as the result

[0017] the resistivity of the wiring film using the conventional Nb target -- for example, -- The reason which was not able to be suppressed with sufficient repeatability to 4 or less microomegacm originates in Ta contained in Nb mentioned above. This is found out for the first time by this invention persons. Ta to which the spatter target of this invention exists in such a Nb film, especially Ta 2O<sub>5</sub> etc. -- it accomplishes by finding out the influence Ta oxide affects a wiring film

[0018] moreover, the time of crystal grain recovering distortion by the thermal effect about the huge dust (particle) suddenly generated from the conventional Nb target -- the size of crystal grain -- \*\*\*\* -- it was distorted and the difference of an amount found out the cause and the bird clapper That is, if the particle-size sizes of adjoining crystal grain differ greatly, in process in which big crystal grain recovers distortion, the small crystal grain which adjoins and exists in it will receive great stress. As the result, the part or the very thing itself of small crystal grain disperses, and it adheres on a substrate as huge dust.

[0019] Then, ratio of the particle-size size of the crystal grain which adjoins in the 2nd spatter target of this invention It is considering as the range of 0.1-10. Thus, the stress difference produced in process in which crystal grain tends to recover distortion can be eased by making small the ratio of the particle-size size of adjoining crystal grain. Generating of huge dust is suppressed by this and it enables it to raise sharply the yield possessing Nb film or it of a wiring film.

[0020] The spatter target of this invention is either Ta content mentioned above, an adjoining particle-size size ratio and an oxygen content. Although what is necessary is just to have satisfied one, like the particle-size size ratio which adjoins Ta content, an oxygen content, and Ta content, for example, it is more desirable to satisfy two or more

conditions, and it is desirable to satisfy all conditions further.

[0021]

[Embodiments of the Invention] Hereafter, the form for carrying out this invention is explained.

[0022] The spatter target of this invention consists of a high grade Nb. Although decreasing generally is desirable as for the amount of impurity elements in a spatter target, this invention suppresses the variation in the amount of impurity elements low while it finds out the impurity element which affects especially the property of Nb film which formed membranes using Nb target and reduces the specific amount of impurity elements based on it.

[0023] Specifically, for the spatter target of this invention, the content of Ta is 3000 ppm. It consists of the following high grades Nb. Furthermore, the high grade Nb 200 ppm or less to a bird clapper has [ the spatter target of this invention ] a desirable oxygen content.

[0024] Here, Nb and Ta have the adjoining relation and Ta is surely contained in Nb raw material. These [ Nb and Ta ] have the property which was generally called [ both ] refractory metal, and was very similar since it was 5A group element. Therefore, it is not easy to separate Ta from Nb and comparatively much Ta is contained in the usual Nb material as an impurity element.

[0025] however, Ta -- oxidizing -- easy -- moreover, Ta 2O<sub>5</sub> etc. -- Ta oxide has a very stable property Furthermore, reactivity of Ta with aluminum is high and intermetallic compounds, such as aluminum<sub>3</sub> Ta, are formed above a certain temperature. When the oxide metallurgy intergeneric compound containing these Ta exists in a wiring film, the work which raises resistivity is shown.

[0026] It is Ta 2O<sub>5</sub> in [ when there are many Ta contents in Nb target, or when the variation in Ta content is large / an interface with aluminum film formed the inside of Nb film which formed membranes using it, and on it ] rapid. aluminum<sub>3</sub> Ta is formed and the resistivity of a wiring film is made to rise. After actually carrying out spatter membrane formation of the Nb film at slot wiring, as a result of forming an aluminum-Cu film and investigating about the interface, it is Ta 2O<sub>5</sub>. It was detected so much and that resistivity is high made such an aluminum wiring film clear. the resistivity of the wiring film using Nb target of the former [ result / this ] -- for example, -- Ta contained in Nb which mentioned above the reason which was not able to be suppressed with sufficient repeatability to 4 or less microohm-cm -- further -- Ta 2O<sub>5</sub> etc. -- it found out originating in the oxygen leading to generation

[0027] Then, it is 3000 ppm about Ta content in Nb which constitutes a target in the spatter target of this invention. It is considering as the following. Thus, it is 3000 ppm about Ta content in Nb target. If it is the following, the amount of Ta in Nb film which formed membranes by things using it can be reduced. Therefore, Ta 2O<sub>5</sub> which forms or exists in an interface with aluminum film formed the inside of Nb film, and on it Amounts, such as aluminum<sub>3</sub> Ta, fall sharply.

[0028] Furthermore, in the spatter target of this invention, the oxygen content in Nb which constitutes a target is set to 200 ppm or less. Nb film which formed membranes using such a Nb target is Ta 2O<sub>5</sub> by which the interface of Nb film and aluminum film (or aluminum alloy film) formed on it etc. deposits since the amount of oxygen leading to [ of Ta oxides (Ta 2O<sub>5</sub> etc.) / one ] generation is low. An amount can be reduced sharply.

[0029] By these, the resistivity of the wiring film possessing Nb film can be reduced sharply. It contributes to low resistance-ization of aluminum wiring film which has Nb film as liner material especially greatly. Ta content in a spatter target is 2000 ppm. Considering as the following is 1000 ppm more desirable still more preferably. It is the following. Moreover, it is 100 ppm or less to set the oxygen content in a spatter target to 150 ppm or less more desirable still more preferably. By these, the resistivity of a wiring film can be lowered further.

[0030] The variation in Ta content in the spatter target of this invention is \*\*30% as the whole target. Considering as less than is desirable. Thus, it becomes possible by suppressing the variation in Ta content of the whole target low to lower the resistivity of the whole wiring film formed using it with sufficient repeatability. Variation in Ta content of the whole target Considering as less than 15% is still more desirable.

[0031] Moreover, the variation in the oxygen content in the spatter target of this invention is \*\*80% as the whole target. Considering as less than is desirable. Thus, it becomes possible by suppressing the variation in the oxygen content of the whole target low to lower the resistivity of the whole wiring film formed using it with sufficient repeatability. Variation in the oxygen content of the whole target Considering as less than 50% is to a pan. It is less than 30%.

[0032] The variation in Ta content and the oxygen content which were mentioned above points out the value calculated as follows. For example, diameter From the front face of the spatter target of 320 to 330 mm The sample for analysis of nine points is extracted. Each sample is extracted from each position of 75mm and 150 mm to X shaft orientations and Y shaft orientations to the center and center of a target, respectively. These Ta content and the oxygen content of the sample for analysis of nine points are measured. Variation is those maximums and the minimum value to variation [%].

It shall ask based on  $= \{(\text{maximum} - \text{minimum value}) / (\text{maximum} + \text{minimum value})\} \times 100$ .

[0033] About Ta content, it considers as the value measured by ICP-AES (joint plasma atom emission spectral analysis) usually used. About an oxygen content, it considers as the value measured with the inert gas dissolution and the infrared absorption method of LECO usually used. Moreover, the extraction position of a sample shall be suitably adjusted according to target size.

[0034] In addition, about Ta in the spatter target of this invention, and impurity elements other than oxygen, some that may be included by the level grade of general high grade metal material. However, it is desirable to make it decrease similarly about other elements, when aiming at reduction of wiring resistance etc.

[0035] As for the spatter target which consists of a high grade Nb of this invention, it is desirable to control as follows the size of Nb crystal grain which constitutes it further. That is, the diameter of average crystal grain is received in the particle size of each crystal grain. Ratio of the particle-size size of the crystal grain which adjoins while considering as the 0.1 to 10 times as many range as this It considers as the range of 0.1-10.

[0036] Here, many relation between the diameter of crystal grain of a target and dust is reported. Usually, what is called dust is a melting particle called splash which the particle which dispersed by sputtering adheres to the non-erosion field of an adhesion-proof board or a target arranged in the sputtering system, and unusual electric discharge generates by the potential difference produced about the flakes-like thing which these exfoliated and produce, and the gap between crystal grain, and is produced based on this. Anyway, a size usually 0.2 to 0.3 micrometer What is a grade is pointed out.

[0037] However, a size the dust suddenly generated from the conventional Nb target As compared with 1 micrometers or more and old dust, it is very large. Moreover, it is the massive [ like rock ] whose configuration is also. As a result of investigating many things about this massive dust, it became clear that it is the mode in which the part or the crystal grain itself of crystal grain was extracted by sputtering. Then, this invention persons found out that huge dust which was mentioned above occurred, when the difference big as a result of investigating paying attention to the size of adjoining crystal grain in the particle-size size of adjoining crystal grain had arisen.

[0038] That is, a target front face tends to receive a remarkable thermal effect by sputtering, and tends to recover distortion which each crystal grain has. The amount of distortion which each crystal grain has changes with sizes of crystal grain. In process in which big crystal grain recovers distortion, if it is adjoined and small crystal grain exists, great stress will be received. The phenomenon in which the part or the very thing itself of small crystal grain will disperse as the result is caused.

[0039] When it originates in the difference of the particle-size size of such adjoining crystal grain and the part or the very thing itself of crystal grain disperses, it adheres on a substrate as huge dust, and the yield of Nb film is made to fall. Then, ratio of the particle-size size of the crystal grain which adjoins in the spatter target of this invention It is considering as the range of 0.1-10. [0040] By making the ratio of the particle-size size of adjoining crystal grain into 10 or less times or 1/10 or more, the stress difference in process in which the crystal grain which received the thermal effect tends to recover distortion can be eased. This enables it to suppress a part of crystal grain and scattering of the very thing itself. As the result, generating of huge dust is suppressed and the yield possessing Nb film or it of a wiring film can be raised sharply. Particle-size size ratio of adjoining crystal grain It is to a pan to consider as the range of 0.5-5. It is considering as the range of 0.5-1.5.

[0041] Moreover, the variation in the particle-size size ratio of adjoining crystal grain is \*\*30% as the whole target. Considering as less than is desirable. Thus, generating of huge dust can be suppressed as the whole Nb film formed using it by suppressing low the variation in the particle-size size ratio of the whole target. The variation in the particle-size size ratio of the crystal grain which the whole target adjoins is \*\*15%. Considering as less than is more desirable, and good \*\*\*\* is \*\*10% further. It is less than.

[0042] the crystalline-structure photograph (for example, scale-factor 200 time optical microscope photograph) measured for scale factors with the arbitrary particle-size size ratio of adjoining crystal grain -- a straight line -- lengthening -- the straight line -- starting -- a bonito -- the diameter of crystal grain of 30 crystal grain which adjoins mutually (the diameter of crystal grain in this case points out the minimum diameter of circle surrounding 1 piece crystal grain) is measured The ratio of the particle-size size of the crystal grain adjoined in this case shall be pointed out.

[0043] Moreover, the variation in a particle-size size ratio points out the value calculated as follows. For example, diameter From the front face of the spatter target of 320 to 330 mm The sample for analysis of nine points is extracted. Each sample is extracted from each position of 75mm and 150 mm to X shaft orientations and Y shaft orientations to the center and center of a target, respectively. These The particle-size size ratio of the sample for analysis of nine points

is measured. Variation is those maximums and the minimum value to variation [%]. It shall ask based on  $= \{(\text{maximum} - \text{minimum value}) / (\text{maximum} + \text{minimum value})\} \times 100$ .

[0044] Nb crystal grain in a spatter target is a particle-size size ratio between the crystal grain which adjoins as described above. Although especially the thing to consider as the range of 0.1-10 is important, if the variation in the overall diameter of crystal grain of Nb crystal grain is large, the crystal grain from which a sputtering yield differs will increase, and the level difference between adjacent crystal grain will become larger. For this reason, the diameter of crystal grain of Nb crystal grain receives the diameter of average crystal grain. It considers as the 0.1 to 10 times as many range as this.

[0045] Concrete diameter of average crystal grain of Nb crystal grain 100 micrometers Considering as the following ranges is desirable. The diameter of average crystal grain 100 micrometers If it exceeds, dust will increase and the variation in the wiring resistivity of the thin film obtained will become large. The diameter of average crystal grain of Nb crystal grain is 75 micrometers. It is more desirable still more desirable that it is the following, and it is 50 micrometers. It is the following.

[0046] In addition, the diameter of average crystal grain of Nb crystal grain is taken as the value calculated as follows. First, a sample is extracted like the case of measurement of composition variation from the front face of a spatter target. each sample -- grinding -- a front face -- HF:HNO<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O=2:2:1 an etching reagent -- etching -- an optical microscope performs organization observation the back the bottom Scale factor While drawing a circle with a diameter of 50mm on a 200 times as many optical microscope photograph as this and being contained in the circle, the number (number A) of the crystal grain which is not cut by the periphery and the number (number B) of the crystal grain cut by the periphery are counted. And it is based on [the total = number A+ number B of the crystal grain in a circle / 2], and is crystal grain. An area of one piece is computed. It considers that the cross section of one crystal grain is a circle, and the diameter of average crystal grain is computed as the diameter.

[0047] The spatter target of this invention is producible as follows, for example.

[0048] First, the high grade Nb used as the formation raw material of a spatter target is produced. Specifically, Ta content is 3000 ppm. Nb 2O<sub>5</sub> of the following A content mineral concentrate is processed chemically and it considers as a high grade oxide. Subsequently, the ore group Nb is obtained, for example using the thermite reduction method by aluminum. The EB (EB) dissolution of this is carried out, and a high grade Nb is refined.

[0049] Under the present circumstances, it is desirable reduction of Ta content, reduction of variation, and that the dissolution process by EB dissolution etc. carries out multiple-times repeat operation for the purpose of reduction in an oxygen content or reduction of variation further. It is also effective for reduction of the variation in Ta content to carry out uniform distribution of the Ta which exists in Nb with the zone RIFA ring.

[0050] Next, plastic working by forging and rolling is performed to the ingot of obtained Nb. Working ratio at the time of this plastic working is taken as 50 - 98%. According to plastic working of such working ratio, a suitable quantity of heat energy can be given to an ingot, and homogenization (reduction in variation) of Ta or oxygen can be attained by the energy. In a plastic-working process, you may carry out middle heat treatment if needed.

[0051] Moreover, the energy given by plastic working mentioned above destroys the crystal grain which an ingot has. Furthermore, an effective operation is brought about also to removal of a minute internal defect. At then, the temperature of about 800-1300 degrees C Heat treatment of 1 hours or more is performed. The diameter of crystal grain of Nb crystal grain is controllable by heat-treating to Nb material which once destroyed crystal grain by plastic working, and making the crystalline structure of Nb into a recrystallized structure. Specifically, the diameter of average crystal grain is received in the diameter of crystal grain of each crystal grain. Particle-size size ratio of the crystal grain which adjoins while considering as the 0.1 to 10 times as many range as this It can consider as the range of 0.1-10. Recrystallized-structure-ization contributes also to reduction of the variation in Ta content or an oxygen content.

[0052] Thus, it machines to disc-like [ of a request of the high grade Nb material obtained ], and this is joined to the back up plate which consists of aluminum. It is desirable to apply the diffused junction by the hotpress etc. to junction to a back up plate. Temperature at the time of diffused junction It is desirable to consider as the range of 400 to 600 degree C. this -- the melting point the plastic deformation of aluminum which is 660 degrees C -- preventing -- while -- in order [ in a target ] to prevent diffusion of Ta atom or an oxygen atom and to prevent having a bad influence on the diameter of crystal grain of Nb crystal grain in a target further -- it is . The spatter target of this invention is obtained by machining the material obtained here in predetermined size.

[0053] Although it can use as an object for wiring film formation of various electron devices, the spatter target of this invention is especially used preferably, in case Nb film as liner material to aluminum film (or aluminum alloy film) is formed. For Nb film which comes to carry out spatter membrane formation using the spatter target of this invention, Ta

content is 3000 ppm. The following and 2000 more ppm The following and 1000 ppm Becoming the following, the variation is \*\*30%. To less than and a pan It becomes less than 15%. Moreover, it is set to 200 ppm or less, 150 more ppm or less, and 100 ppm or less about an oxygen content, and is \*\*80% about the variation. To less than and a pan It becomes less than 30% less than 50%. In addition, there is very few existence of dust (especially huge dust).

[0054] Such a Nb film is suitable for the liner material of aluminum wiring, as mentioned above, aluminum film and aluminum alloy film are made to exist on Nb film obtained by this invention, and a wiring film is constituted.

According to such a wiring film, in case DD wiring technology is applied, a suitable wiring membrane structure can be offered. and DRAM (256M bit and 1G bit) etc. is asked -- for example, -- the resistivity of 4 or less microohm-cm -- enough -- and it becomes possible to make it satisfied with sufficient repeatability This contributes to suppression of signal delay greatly. Furthermore, it becomes possible to realize high-density wiring with sufficient repeatability under high-reliability. This contributes to the improvement in the yield of a wiring film greatly.

[0055] A wiring film which was mentioned above can be used for various kinds of electronic parts represented by the semiconductor device. Specifically, electronic parts, such as a SAW device, TPH, and a LCD device, are mentioned to semiconductor devices, such as ULSI and VLSI, and a pan.

[0056] Drawing 1 is the cross section showing the example of 1 composition of the semiconductor device possessing DD wiring structure of having Nb film formed using the spatter target of this invention. In drawing 1, 1 is Si substrate in which element structure was formed. The insulator layer 2 is formed on the Si substrate 1, and the 1st aluminum wiring 3 connected to element structure through the contact hole (not shown) is formed in this insulator layer 2.

[0057] The layer insulation film 4 is formed on the insulator layer 2 which has the 1st aluminum wiring 3, and it is the wiring slot 5 (5a, 5b, 5c) to this layer insulation film 4. It is prepared. The wiring slots 5a and 5c are established in the surface section of the layer insulation film 4. wiring slot 5b is formed so that the 1st aluminum wiring 3 may be reached -- having -- \*\*\*\* -- connection -- it is a hole (veer hole)

[0058] In each wiring slots 5a and 5b and 5c, the Nb film 6 first formed using the spatter target of this invention is formed as liner material. And the 2nd aluminum wiring 7 which consists of an aluminum film or an aluminum alloy film is formed on this Nb film 6. aluminum wiring film 8 of DD structure is constituted by these. In addition, nine in drawing is an insulator layer.

[0059] aluminum wiring film 8 which has the Nb film 6 formed using the spatter target of this invention was mentioned above -- as -- Since it is what satisfies resistivity, such as 4 or less microohm-cm, it becomes possible to raise the operating characteristics and reliability of a semiconductor device, such as 256M bit and DRAM beyond 1G bit. Furthermore, since there is little mixing of huge dust, it becomes possible to realize high-density wiring with sufficient repeatability under high-reliability.

[0060]

[Example] Next, the concrete example and its evaluation result of this invention are described.

[0061] an example 1 -- first -- Ta content -- 3000 ppm Nb 2O<sub>5</sub> of the following The content mineral concentrate was processed chemically, it considered as the high grade oxide, and the ore group Nb was obtained using the thermite reduction method according this to aluminum. Such an ore group Nb is prepared partly and they are these. EB dissolution is suitably carried out between multiple times from 1 time, and Ta contents differ. Six kinds of Nb ingots (diameter 230mm) were produced.

[0062] It is a diameter about each of these Nb ingots. After extracting and forging and annealing this at 1400 degrees C until it is set to 130mm, it is a diameter again. It forged up to 230 to 240 mm, and considered as disc-like [ of a 320 to 330 mm diameter ] with cross rolling further. By heat-treating on condition that 1100 degree-Cx120min to Nb board disc-like [ these ], respectively, it considered as the recrystallized structure.

[0063] every after the above-mentioned heat treatment -- aluminum alloy board for back up plates which carried out cutting of the Nb board, used as Nb board for junction, and was beforehand prepared with these -- temperature 400 to 600 degree C, and pressure 250 kg/cm<sup>2</sup> The hotpress was carried out on conditions and the zygote used as a target material was produced. Thus, it is a diameter about each obtained zygote. By machining to 10mm in 320mmx thickness, Nb spatter target made into the purpose was obtained, respectively.

[0064] Thus, it obtained. It measured based on the method which mentioned above Ta content and variation of six kinds of Nb targets. ICP-AES (joint plasma atom quantometer : SPSby SEIKO electronic industry company 1200A (tradename)) usually used analyzed Ta content. Ta content and variation in Nb target are shown in Table 1.

[0065] Next, it described above. Six kinds of Nb spatter targets are used, respectively, and they are a spatter method:liner spatter and back pressure. : 1x10<sup>-5</sup>(Pa) output DC:15(kW), spatter time: Form Nb film under the conditions of 1 (min) on Si wafer (8 inches) which formed the wiring slot beforehand, include wiring Mizouchi, and it



is thickness. 0.5 micrometers The liner film was formed. Then, a spatter is carried out under the above-mentioned conditions and the same conditions using an aluminum-0.5wt%Cu target, and it is thickness. 1 micrometer aluminum thin film of a grade was formed. After filling up wiring Mizouchi with this by reflow processing, wiring was formed by removing excessive aluminum film by CMP. The resistivity of each [ these ] wiring was measured. The result is shown in Table 1.

[0066]

[Table 1]

ターゲット No	Ta含有量 (ppm)	Ta含有量の バラツキ (%)	配線抵抗率 ( $\mu\Omega\text{cm}$ )
No. 1	550	11	3.1
No. 2	1550	27	3.5
No. 3	1830	40	3.9
No. 4	2540	5	3.8
No. 5	3300	17	10.5
No. 6	8220	58	15.8

They are a sample 1 - a sample 4 so that clearly from Table 1. That resistivity is below a half as compared with other wiring films made clear the wiring film possessing Nb film which formed membranes using Nb target of this invention. By using the wiring film which has such a Nb liner film, low resistivity-ization of wiring can be attained and it becomes possible to raise the product yield sharply further.

[0067] Ore group Nb produced like example 2 example 1 EB dissolution was carried out 3 times and the ingot was produced. After carrying out plastic working of this Nb ingot on the same conditions as an example 1, heat treatment conditions are changed. Six kinds of Nb material was produced. Heat treatment temperature It considers as 300 degrees C, 600 degree C, 800 degree C, 1100 degrees C, and 1300 degrees C, and is each. 60min was heat-treated. Moreover, Nb material which does not heat-treat was produced.

[0068] It is such. Nb spatter target was produced like the example 1 using six kinds of Nb material, respectively. IPC-AES analyzed Ta content like the example 1. Ta content is 1830 ppm and the variation of those. It was 20%.

[0069] Next, it described above. Six kinds of Nb spatter targets are used, respectively, and they are a spatter method:liner spatter and back pressure. :  $1 \times 10^{-5}$  (Pa) output DC:15(kW), spatter time: Form Nb film under the conditions of 1 (min) on Si wafer (8 inches) which formed the wiring slot beforehand, include wiring Mizouchi, and it is thickness. 0.5 micrometers The liner film was formed. Then, a spatter is carried out under the above-mentioned conditions and the same conditions using an aluminum-0.5wt%Cu target, and it is thickness. 1 micrometer aluminum thin film of a grade was formed. After filling up wiring Mizouchi with this by reflow processing, wiring was formed by removing excessive aluminum film by CMP. The resistivity of each [ these ] wiring was measured. The result is shown in Table 2.

[0070]

[Table 2]

ターゲット No	熱処理温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	配線抵抗率 ( $\mu\Omega\text{cm}$ )
No. 1	無処理	3.8
No. 2	300	3.7
No. 3	600	3.5
No. 4	800	3.2
No. 5	1100	3.1
No. 6	1300	3.1

The wiring film possessing Nb film which formed membranes using Nb spatter target of this invention showed good resistivity so that clearly from Table 2. Therefore, by using the wiring film which has such a Nb liner film, low resistivity-ization of wiring can be attained and it becomes possible to raise the product yield sharply further.

[0071] an example 3 -- the ore group Nb to which the amount of oxygen was changed first -- preparing -- these EB

dissolution is suitably carried out between multiple times from 1 time, and oxygen contents differ. Nb ingot (diameter 230mm) whose number is six was produced.

[0072] It is a diameter about each of these Nb ingots. After extracting and forging and annealing this at 1400 degrees C until it is set to 130mm, it is a diameter again. It forged up to 230 to 240 mm, and considered as disc-like [ of a 320 to 330 mm diameter ] with cross rolling further. By heat-treating on condition that 1100 degree-Cx120min to Nb board disc-like [ these ], respectively, it considered as the recrystallized structure.

[0073] every after the above-mentioned heat treatment -- aluminum alloy board for back up plates which carried out cutting of the Nb board, used as Nb board for junction, and was beforehand prepared with these -- temperature 400 to 600 degree C, and pressure 250 kg/cm<sup>2</sup> The hotpress was carried out on conditions and the zygote used as a target material was produced. Thus, it is a diameter about the obtained zygote. By machining to 10mm in 320mmx thickness, Nb spatter target made into the purpose was obtained, respectively.

[0074] Thus, it obtained. It measured based on the method which mentioned above the oxygen content and variation of six kinds of Nb targets. The oxygen content was measured with the inert gas dissolution and infrared-absorption equipment (TCmade from LECO- 436 (tradename)) usually used. The oxygen content and variation in Nb target are shown in Table 3.

[0075] Next, it described above. Six kinds of Nb spatter targets are used, respectively, and they are a spatter method:liner spatter and back pressure. : 1x10<sup>-5</sup>(Pa) output DC:10(kW), spatter time: Form Nb film under the conditions of 3 (min) on Si wafer (8 inches) which formed the wiring slot beforehand, include wiring Mizouchi, and it is 20 micrometers in thickness. The liner film was formed. Then, a spatter is carried out under the above-mentioned conditions and the same conditions using an aluminum-0.5wt%Cu target, and it is thickness. 1 micrometer aluminum thin film of a grade was formed. After filling up wiring Mizouchi with this by reflow processing, wiring was formed by removing excessive aluminum film by CMP. The resistivity of each [ these ] wiring was measured. The result is shown in Table 3.

[0076]

[Table 3]

ターゲット No	酸素含有量 (ppm)	酸素含有量の バラツキ (%)	配線抵抗率 ( $\mu\Omega\text{cm}$ )
No. 1	10	±82	4.2
No. 2	10	±40	3.0
No. 3	50	±23	3.1
No. 4	60	±64	3.1
No. 5	100	±27	3.2
No. 6	110	±68	3.4
No. 7	140	±38	3.5
No. 8	320	±31	4.1
No. 9	630	±22	4.4
No. 10	820	±20	4.7

That resistivity is low as compared with other wiring films made clear the wiring film possessing Nb film which formed membranes using Nb spatter target (a sample 2 - sample 7) of this invention so that clearly from Table 3. Therefore, by using the wiring film which has such a Nb liner film, low resistivity-ization of wiring can be attained and it becomes possible to raise the product yield sharply further.

[0077] Sample 3 in example 4 example 3 Nb ingot was produced on the same conditions as a target. After carrying out plastic working of this Nb ingot on the same conditions as an example 3, heat treatment conditions are changed. Six kinds of Nb material was produced. Heat treatment temperature It considers as 300 degrees C, 600 degree C, 800 degree C, 1100 degrees C, and 1300 degrees C, and is each. 60min was heat-treated. Moreover, Nb material which does not heat-treat was produced.

[0078] It is such. Nb spatter target was produced like the example 1 using six kinds of Nb material, respectively. Sample [ in / an example 3 / as a result of measuring like an example 3 about an oxygen content ] 3 The almost same value as a target was shown.

[0079] Next, it described above. Six kinds of Nb spatter targets are used, respectively, and they are a spatter

method:liner spatter and back pressure. :  $1 \times 10^{-5}$ (Pa) output DC:10(kW), spatter time: Form Nb film under the conditions of 3 (min) on Si wafer (8 inches) which formed the wiring slot beforehand, include wiring Mizouchi, and it is 20 micrometers in thickness. The liner film was formed. Then, a spatter is carried out under the above-mentioned conditions and the same conditions using an aluminum-0.5wt%Cu target, and it is thickness. 1 micrometer aluminum thin film of a grade was formed. After filling up wiring Mizouchi with this by reflow processing, wiring was formed by removing excessive aluminum film by CMP. The resistivity of each [ these ] wiring was measured. The result is shown in Table 4.

[0080]

[Table 4]

ターゲット No	熱処理温度 (℃)	配線抵抗率 ( $\mu \Omega \text{cm}$ )
No. 1	無処理	4.9
No. 2	300	4.3
No. 3	600	3.8
No. 4	800	3.1
No. 5	1100	2.9
No. 6	1300	3.0

The wiring film possessing Nb film which formed membranes using Nb spatter target (a sample 3 - sample 6) of this invention showed good resistivity so that clearly from Table 4. Therefore, by using the wiring film which has such a Nb liner film, low resistivity-ization of wiring can be attained and it becomes possible to raise the product yield sharply further.

[0081] an example 5 -- the ore group Nb first produced like the example 1 -- EB dissolution -- carrying out -- diameter 230mm Nb ingot was produced. The same forging and same rolling as an example 1 were performed to such a Nb ingot. However, plastic working was carried out by the working ratio shown in Table 5, respectively by changing the processing conditions in each stage. In addition, the calculation method of working ratio is set to  $\{100 - (\text{height of thickness} / \text{ingot of Nb material after plastic working}) \times 100\}$ .

[0082] Thus, it is 1100 degree-Cx 120min to obtained disc-like Nb board, respectively. It heat-treated on conditions and considered as the recrystallized structure. It is temperature about aluminum alloy board for back up plates which carried out cutting of each [ these ] Nb board, used as Nb board for junction, and was beforehand prepared with these. 400 to 600 degree C, and pressure 250 kg/cm<sup>2</sup> The hotpress was carried out on conditions and the zygote used as a target material was produced. Thus, it is a diameter about the obtained zygote. By machining to 10mm in 320mmx thickness, Nb spatter target made into the purpose was obtained, respectively.

[0083] next, above-mentioned every -- Nb spatter target -- respectively -- using -- a spatter method:DC spatter and back pressure: the bottom of the conditions of  $1 \times 10^{-5}$  to 5 Pa, output DC:15kW, and spatter time:1min -- Si wafer (8 inches) top -- thickness 0.5 micrometers Nb film was formed, respectively. In addition, the number of sheets of Si substrate which formed membranes is each. They could be 500 sheets.

[0084] About each [ these ] Nb film, the size range to the diameter of average crystal grain of Nb crystal grain, the particle-size size ratio of adjoining crystal grain, and its variation were measured. Furthermore, size which exists in each Nb film 1 micrometer The number of the above huge dust was measured. Those results are shown in Table 5.

[0085]

[Table 5]



ターゲット No	加工率 (%)	平均結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )	平均結晶粒径に対する 結晶粒径の範囲 (%)	隣接する結晶粒の粒径サイズ比		ダストの平均濃度 (大きさ $1\mu\text{m}$ 以上) (個/枚)
				粒径サイズ比	TG中のバラツキ (%)	
1	95	30	0.7	0.6	2	0
2	87	70	4.5	1.2	5	0
3	55	100	7.8	5.8	12	0
4	25	190	0.05	5	35	0.8
5	33	280	15.8	17	45	0.6
6	14	350	23.2	58	67	1.2

By Nb film which formed membranes using Nb spatter target (a sample 1 - sample 3) of this invention, it turns out to huge dust not existing that huge dust exists in Nb film which formed membranes using it with Nb spatter target (a sample 4 - sample 6) produced as an example of comparison with this invention so that clearly from Table 5. Therefore, it becomes possible by using Nb film of such this invention to raise sharply the yield of a wiring film and the various devices using it.

[0086] example 6 example 5 -- the same -- carrying out -- 85% of working ratio Nb board which performed forging and rolling -- receiving -- heat treatment nothing -- or -- 300 degrees C, 600 degree C, 800 degree C, 1100 degrees C, and 1300 degrees C 60min is heat-treated -- six kinds of Nb material was produced These Nb spatter target was produced like the example 1 using six kinds of Nb material, respectively.

[0087] Next, it described above. Six kinds of Nb spatter targets are used, respectively, and they are a spatter method:DC spatter and back pressure. : It is thickness on Si wafer (8 inches) under the conditions of  $1 \times 10$  to 5 Pa, output DC:15kW, and spatter time:1min. 0.5 micrometers Nb film was formed, respectively. In addition, the number of sheets of Si substrate which formed membranes is each. They could be 500 sheets.

[0088] About each [ these ] Nb film, the size range to the diameter of average crystal grain of Nb crystal grain, the particle-size size ratio of adjoining crystal grain, and its variation were measured. Furthermore, size which exists in each Nb film 1 micrometer The number of the above huge dust was measured. Those results are shown in Table 6.

[0089]

[Table 6]

ターゲット No	熱処理温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	平均結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )	平均結晶粒径に対する 結晶粒径の範囲 (%)	隣接する結晶粒の粒径サイズ比		ダストの平均濃度 (大きさ $1\mu\text{m}$ 以上) (個/枚)
				粒径サイズ比	TG中のバラツキ (%)	
1	無処理	—	—	—	—	3.5
2	300	—	—	—	—	1.2
3	600	—	—	—	—	0.1
4	800	10	0.5	7.8	1.2	0
5	1100	30	1.3	1.1	4.4	0
6	1300	70	4.7	0.7	12	0

By Nb film which formed membranes using Nb spatter target (a sample 4 - sample 6) of this invention, it turns out to huge dust not existing that huge dust exists in Nb film which formed membranes using it with Nb spatter target (a sample 1 - sample 3) produced as an example of comparison with this invention so that clearly from Table 6. Therefore, it becomes possible by using Nb film of such this invention to raise sharply the yield of a wiring film and the various devices using it.

[0090]

[Effect of the Invention] As more than explained, Nb spatter target of this invention carries out possible [ of obtaining the wiring film of low resistivity which was not able to be attained conventionally ]. Or it makes it possible to suppress generating of huge dust with sufficient repeatability. Therefore, according to the wiring film which formed membranes using such a spatter target, low resistivity-ization of wiring can be attained and it becomes possible to raise reliability and the yield sharply further.

---

[Translation done.]